



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 199 28 851 A 1

⑯ Int. Cl. 7:
C 01 G 23/047

A 61 K 7/40
C 08 L 83/04
B 01 J 32/00
C 09 G 1/02
C 09 K 3/14
G 03 G 9/08

⑯ Aktenzeichen: 199 28 851.8
⑯ Anmeldetag: 24. 6. 1999
⑯ Offenlegungstag: 28. 12. 2000

⑯ Anmelder:

Degussa-Hüls AG, 60311 Frankfurt, DE

⑯ Erfinder:

Gilges, Hilmar, Dr., 63739 Aschaffenburg, DE;
Kerner, Dieter, Dr., 63450 Hanau, DE; Meyer, Jürgen,
Dr., 63811 Stockstadt, DE

⑯ Entgegenhaltungen:

DE 42 02 695 A1
WO 98 11 037

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung

⑯ Granulate auf Basis von Titandioxid mit den Kenndaten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150 µm
BET-Oberfläche: 25 bis 100 m²/g

pH-Wert: 3 bis 6

Stampfdichte: 400 bis 1200 g/l

Sie werden hergestellt, indem man Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet, gegebenenfalls tempert und/oder silanisiert.

In der silanisierten Form haben die Granulate die folgenden Kenndaten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160 µm

BET-Oberfläche: 15 bis 100 m²/g

pH-Wert: 3,0 bis 9,0

Stampfdichte: 400 bis 1200 g/l

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%

Die Granulate werden u. a. als Katalysatorträger in Kosmetika, als Sonnenschutz, in Silikonkautschuk, in Tonerpulver, in Lacken und Farben, als Schleif- und Poliermittel, als Rohstoff für die Glas- und Keramikherstellung eingesetzt.

DE 199 28 851 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid, das Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung.

5 Es ist bekannt, pyrogenes Titandioxid mittels Hochtemperatur oder Flammenhydrolyse aus $TiCl_4$ herzustellen (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 21, Seite 464 (1982)).

Pyogene Titandioxide zeichnen sich durch extreme Feinteiligkeit, hohe spezifische Oberfläche (BET), sehr hohe Reinheit, sphärische Teilchenform und das Fehlen von Poren aus. Aufgrund dieser Eigenschaften finden pyrogen hergestellte Titandioxide zunehmend Interesse als Träger für Katalysatoren (Dr. Koth et al., Chem. Ing. Techn. 52, 628 (1980)).

10 Für diese Verwendung wird das pyrogen hergestellte Titandioxid auf mechanischem Wege mittels zum Beispiel Tablettermaschinen verformt.

Es bestand somit die Aufgabe, Sprühgranulate von pyrogen hergestelltem Titandioxid, die als Katalysatorträger eingesetzt werden können, zu entwickeln.

15 Gegenstand der Erfindung sind Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150 μm

BET-Oberfläche: 25 bis 100 m^2/g

pH-Wert: 3 bis 6

Stampfdichte: 400 bis 1.200 g/l

20 Das erfundungsgemäße Granulat kann hergestellt werden, indem man pyrogen hergestelltes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten:

25 Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160 μm

BET-Oberfläche: 15 bis 100 m^2/g

pH-Wert: 3,0 bis 9,0

Stampfdichte: 400 bis 1.200 g/l

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%

30 Das erfundungsgemäße Granulat kann hergestellt werden, indem man pyrogen hergestelltes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur von 150 bis 1.000°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert und anschliessend silanisiert. Zur Silanisierung können Halogensilane, Alkoxy-silane, Silazane und/oder Siloxane eingesetzt werden.

Insbesondere können als Halogensilane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

35 Halogenorganosilane des Types $X_3Si(C_nH_{2n+1})$

$X = Cl, Br$

$n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types $X_2(R')Si(C_nH_{2n+1})$

$X = Cl, Br$

40 $R' = Alkyl$

$n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types $X(R')_2Si(C_nH_{2n+1})$

$X = Cl, Br$

$R' = Alkyl$

45 $n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types $X_3Si(CH_2)_m-R'$

$X = Cl, Br$

$m = 0,1-20$

$R' = Alkyl, Aryl$ (z. B. $-C_6H_5$)

50 $-C_4F_9, -OCF_2-CHF-CF_3, -C_6F_{13}, -O-CF_2-CHF_2$

$-NH_2, -N_3, -SCN, -CH=CH_2,$

$-OOC(CH_3)C=CH_2$

$-OCH_2-CH(O)CH_2$

$-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$

55 $-NH-COO-CH_3, -NH-COO-CH_2-CH_3, -NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Halogenorganosilane des Types $(R)X_2Si(CH_2)_m-R'$

$X = Cl, Br$

$R = Alkyl$

60 $m = 0,1-20$

$R' = Alkyl, Aryl$ (z. B. $-C_6H_5$)

$-C_4F_9, -OCF_2-CHF-CF_3, -C_6F_{13}, -O-CF_2-CHF_2$

$-NH_2, -N_3, -SCN, -CH=CH_2,$

$-OOC(CH_3)C=CH_2$

65 $-OCH_2-CH(O)CH_2$

$-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$

$-NH-COO-CH_3, -NH-COO-CH_2-CH_3,$

$-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$ Halogenorganosilane des Types $(R)_2XSi(CH_2)_m-R'$

X = Cl, Br

R = Alkyl

m = 0,1-20

R' = Alkyl, Aryl (z. B. $-C_6H_5$) $-C_4F_9$, $-OCF_2-CHF-CF_3$, $-C_6F_{13}$, $-O-CF_2-CHF_2$ $-NH_2$, $-N_3$, $-SCN$, $-CH=CH_2$, $-OOC(CH_3)C=CH_2$ $-OCH_2-CH(O)CH_2$ $-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$ $-NH-COO-CH_3$, $-NH-COO-CH_2-CH_3$, $-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$ $-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Insbesondere können als Alkoxy silane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Organosilane des Types $(RO)_3Si(C_nH_{2n+1})$

R = Alkyl

n = 1-20

Organosilane des Types $R'_x(RO)_ySi(C_nH_{2n+1})$

R = Alkyl

R' = Alkyl

n = 1-20

x + y = 3

x = 1,2

y = 1,2

Organosilane des Types $(RO)_3Si(CH_2)_m-R'$

R = Alkyl

m = 0,1-20

R' = Alkyl, Aryl (z. B. $-C_6H_5$) $-C_4F_9$, $OCF_2-CHF-CF_3$, $-C_6F_{13}$, $-O-CF_2-CHF_2$ $-NH_2$, $-N_3$, $-SCN$, $-CH=CH_2$, $-OOC(CH_3)C=CH_2$ $-OCH_2-CH(O)CH_2$ $-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$ $-NH-COO-CH_3$, $-NH-COO-CH_2-CH_3$, $-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$ $-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$ Organosilane des Typs $(R'')_x(RO)_ySi(CH_2)_m-R'$

R'' = Alkyl

x + y = 2

x = 1,2

y = 1,2

R' = Alkyl, Aryl (z. B. $-C_6H_5$) $-C_4F_9$, $OCF_2-CHF-CF_3$, $-C_6F_{13}$, $-O-CF_2-CHF_2$ $-NH_2$, $-N_3$, $-SCN$, $-CH=CH_2$, $-OOC(CH_3)C=CH_2$ $-OCH_2-CH(O)CH_2$ $-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$ $-NH-COO-CH_3$, $-NH-COO-CH_2-CH_3$, $-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$ $-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$ Bevorzugt kann man als Silanisierungsmittel das Silan Si 10 8 [$(CH_3O)_3-Si-C_8H_{17}$] Trimethoxyoctylsilan einsetzen.

Insbesondere können als Silazane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Silane des Types

 $R' R_2Si-N-SiR_2R'$

H

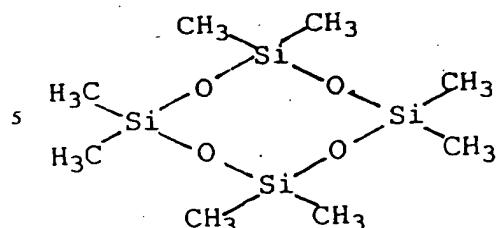
R = Alkyl

R' = Alkyl, Vinyl

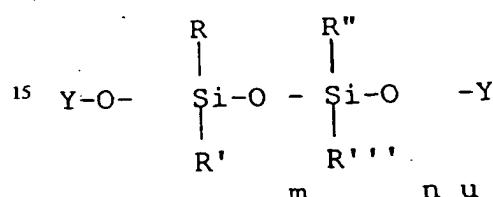
sowie zum Beispiel Hexamethyldisilazan.

Insbesondere können als Siloxane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Cyclische Polysiloxane des Types D 3, D 4, D 5 z. B. Octamethylcyclotetrasiloxan = D 4



10 Polysiloxane bzw. Silikonöle des Types



20 $m = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

$n = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

$u = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

Y = CH_3 , H, $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ $n = 1-20$

25 Y = $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, $\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{H}$
 $\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$, $\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OCH}_3)$

$\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_n\text{H}_{2n+1})$ $n = 1-20$

R = Alkyl, Aryl, $(\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2$, H

R' = Alkyl, Aryl, $(\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2$, H

30 R'' = Alkyl, Aryl, $(\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2$, H
R''' = Alkyl, Aryl, $(\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2$, H

Der Kohlenstoffgehalt des erfundungsgemäßen Granulates kann 0,3 bis 12,0 Gew.-% betragen.

Die Dispersion in Wasser kann eine Konzentration an Titandioxid von 3 bis 25 Gew.-% aufweisen.

Zur Dispersion können organische Hilfsmittel zugefügt werden, um die Stabilität der Dispersion zu erhöhen und die

35 Teilchenmorphologie nach der Sprühtrocknung zu verbessern.

Beispielsweise können die folgenden Hilfsstoffe eingesetzt werden:

Polyalkohole, Polyether, Tenside auf Fluorkohlenwasserstoffbasis, Alkohole.

Die Sprühtrocknung kann man bei einer Temperatur von 200 bis 600°C durchführen. Dabei kann man Scheibenzerstäuber oder Düsenzerstäuber einsetzen.

40 Die Temperung der Granulate kann man sowohl in ruhender Schüttung, wie zum Beispiel in Kammeröfen, als auch in bewegter Schüttung, wie zum Beispiel Drehrohrtrockner, durchführen.

Die Silanisierung kann mit denselben Halogensilanen, Alkoxy silanen, Silazanen und/oder Siloxanen wie oben beschrieben durchgeführt werden, wobei das Silanisierungsmittel gegebenenfalls in einem organischen Lösungsmittel, wie zum Beispiel Ethanol, gelöst sein kann.

45 Bevorzugt kann man als Silanisierungsmittel das Silan Si 108 $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{-Si-C}_8\text{H}_{17}]$ Trimethoxyoctylsilan einsetzen.

Die Silanisierung kann man durchführen, indem man das Granulat mit dem Silanisierungsmittel bei Raumtemperatur besprüht und das Gemisch anschließend bei einer Temperatur von 105 bis 400°C über einen Zeitraum von 1 bis 6 h thermisch behandelt.

50 Eine alternative Methode der Silanisierung der Granulate kann man durchführen, indem man das Granulat mit dem Silanisierungsmittel in Dampfform behandelt und das Gemisch anschließend bei einer Temperatur von 200 bis 800°C über einen Zeitraum von 0,5 bis 6 h thermisch behandelt.

Die thermische Behandlung kann unter Schutzgas, wie zum Beispiel Stickstoff, erfolgen.

55 Die Silanisierung kann man in beheizbaren Mischnern und Trocknern mit Sprühseinrichtungen kontinuierlich oder an-satzweise durchführen. Geeignete Vorrichtungen können zum Beispiel sein: Pflugscharmischer, Teller-, Wirbelschicht- oder Fließbettrockner.

Durch die Variation der Einsatzstoffe, der Bedingungen bei der Sprühung, der Temperung und der Silanisierung kann man die physikalisch-chemischen Parameter der Granulate, wie die spezifische Oberfläche, die Korngrößenverteilung, die Stampfdichte, und pH-Wert innerhalb der angegebenen Grenzen verändern.

Das erfundungsgemäße Titandioxidgranulat weist die folgenden Vorteile auf:

60 Das Fließverhalten ist besser als bei nichtsprühgetrocknetem Titandioxid.

Das Einarbeiten in organische Systeme ist leichter.

Die Dispergierung ist einfacher.

Für die Granulation sind keine zusätzlichen Hilfsstoffe erforderlich.

Gegenüber dem nichtsprühgetrocknetem Titandioxid, das keine definierte Agglomeratgröße aufweist, hat das erfundungsgemäße Titandioxidgranulat eine definierte Teilchengröße.

Das erfundungsgemäße Titandioxidgranulat ermöglicht eine staubfreie Handhabung.

Auf Grund der hohen Stampfdichte ist ein geringerer Verpackungsaufwand für den Transport erforderlich.

Das erfundungsgemäße Titandioxidgranulat kann als Katalysatorträger eingesetzt werden.

Das nichtsprühgetrocknete Titandioxid ist hierzu nicht geeignet, weil es beispielsweise aus dem Wirbelbett herangetragen wird.

Die erfundungsgemäßen Granulate können als Träger für Katalysatoren, sowie in Kosmetika, als Sonnenschutz, in Silikonkautschuk, in Tonerpulver, in Lacken und Farben, als Schleif- und Poliermittel, als Rohstoff zur Glas- und Keramikherstellung eingesetzt werden.

5

Beispiele

Als pyrogen hergestelltes Titandioxid wird ein Titandioxid P25 mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten eingesetzt. Es ist bekannt aus der Schriftenreihe Pigmente Nr. 56 "Hochdisperse Metalloxide nach dem Aerosilverfahren", 4. Auflage, Februar 1989, Degussa AG.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

| | | Titandioxid P 25 |
|----|--|---------------------------|
| 5 | CAS-Reg. Nummer | 13463-67-7 |
| 10 | Verhalten gegenüber Wasser | hydrophil |
| 15 | Aussehen | lockeres weißes Pulver |
| 20 | Oberfläche nach BET ¹⁾ | m ² /g 50 ± 15 |
| 25 | Mittlere Größe der Primärteilchen | nm 21 |
| 30 | Stampfdichte ²⁾ | g/l ca. 100 |
| 35 | Spezifisches Gewicht ¹⁰⁾ | g/ml ca. 3,7 |
| 40 | Trocknungsverlust ³⁾ bei Verlassen des Lieferwerkes (2 Stunden bei 105°C) | % < 1,5 |
| 45 | Glühverlust ⁴⁾ (2 Stunden bei 1000°C) | < 2 |
| 50 | pH-Wert ⁵⁾ (in 4%iger wäßriger Dispersion) | 3-4 |
| 55 | SiO ₂) | < 0,2 |
| 60 | Al ₂ O ₃) | < 0,3 |
| 65 | Fe ₂ O ₃) | < 0,01 |
| 70 | TiO ₂) | > 99,5 |
| 75 | ZrO ₂) | - |
| 80 | HfO ₂) | - |
| 85 | HCl ⁸⁾ 9) | < 0,3 |
| 90 | Siebrückstand ⁶⁾ (nach Mocker, 45 µm) | % < 0,05 |

- 50 1) nach DIN 66131
 2) nach DIN ISO 787/XI, JIS K 5101/18 (nicht gesiebt)
 3) nach DIN ISO 787/II, ASTM D 280, JIS K 5101/21
 55 4) nach DIN 55921, ASTM D 1208, JIS K 5101/23
 5) nach DIN ISO 787/IX; ASTM D 1208, JIS K 5101/24
 6) nach DIN ISO 787/XVIII; JIS K 5101/20
 60 7) bezogen auf die 2 Stunden bei 105°C getrocknete Substanz
 8) bezogen auf die 2 Stunden bei 1000°C geäglühte Substanz
 9) HCl-Gehalt ist Bestandteil des Glühverlustes
 65 10) bestimmt mit dem Luftvergleichspykrometer

Zur Herstellung der Titandioxide wird in eine Knallgasflamme aus Wasserstoff und Luft eine flüchtige Titanverbin-

dung eingedüst. In den meisten Fällen verwendet man Titantrachlorid. Diese Substanz hydrolysiert unter dem Einfluß des bei der Knallgasreaktion entstehenden Wassers zu Titandioxid und Salzsäure. Das Titandioxid tritt nach dem Verlassen der Flamme in eine sogenannte Koagulationszone ein, in der die Titandioxid-Primärteilchen und -Primäraggregate agglomerieren. Das in diesem Stadium als eine Art Aerosol vorliegende Produkt wird in Zyklen von den gasförmigen Begleitsubstanzen getrennt und anschließend mit feuchter Heißluft nachbehandelt.

Die Teilchengrößen der Titandioxide können mit Hilfe der Reaktionsbedingungen, wie zum Beispiel Flammtemperatur, Wasserstoff- oder Sauerstoffanteil, Titantrachloridmenge, Verweilzeit in der Flamme oder Länge der Koagulationsstrecke, variiert werden.

Die BET-Oberfläche wird gemäß DIN 66 131 mit Stickstoff bestimmt.

Das Stampfvolumen wird in Anlehnung an ASTM D 4164-88 bestimmt.

Geräte: Stampfvolumeter STA V 2003 der Fa. Engelsmann nach DIN 53194, Abs. 5.2. b-f

Meßzylinder 250 ml, Teilstiche je 2 ml

Waage mit Fehlergrenze max. $\pm 0,1$ g

5

10

15

Stelle das Zählerwerk des Stampfvolumeters auf 1000 Hübe. Tariere den Meßzylinder.

Fülle Granulat in den Meßzylinder bis zu 250 ml Marke. Notiere die Einwaage ($\pm 0,1$ g).

Spanne den Meßzylinder in das Stampfvolumeter und schalte das Gerät ein.

Stampfende \rightarrow Gerät schaltet nach 1000 Hüben automatisch ab.

Lese das gestampfte Schüttvolumen auf 1 ml genau ab.

20

Berechnung

E: Granulateinwaage in g

25

V: Abgelesenes Volumen in ml

W: Wassergehalt in Gew.-% (bestimmt nach Prüfvorschrift P001)

$$\text{Stampfdichte} = \frac{E \times (100 - W)}{V \times 100}$$

30

Der pH-Wert wird in 4%iger wässriger Dispersion bestimmt, bei hydrophoben Katalysatorträgern in Wasser: Ethanol 1 : 1.

35

Herstellung der erfundungsgemäßen Granulate

Das pyrogen hergestellte Titandioxid wird in vollentsalztem Wasser dispergiert. Dabei wird ein Dispergieraggregat verwendet, das nach dem Rotor/Stator-Prinzip arbeitet. Die entstehenden Dispersionen werden sprühgetrocknet. Die Abscheidung des Fertigproduktes erfolgt über Filter oder Zylkon.

Die Temperung der Sprühgranulate kann in Muffelöfen erfolgen.

40

Die sprühgetrockneten und eventuell getemperten Granulate werden zur Silanisierung in einem Mischer vorgelegt und unter intensivem Mischen gegebenenfalls zunächst mit Wasser und anschließend mit dem Silanisierungsmittel besprührt. Nachdem das Sprühen beendet ist, wird noch 15 bis 30 min nachgemischt und anschließend 1 bis 4 h bei 100 bis 400°C getempert.

Das eingesetzte Wasser kann mit einer Säure, zum Beispiel Salzsäure, bis zu einem pH-Wert von 7 bis 1 angesäuert sein. Das eingesetzte Silanisierungsmittel kann in einem Lösungsmittel, wie zum Beispiel Ethanol, gelöst sein.

45

50

55

60

65

Tabelle 1Daten zur Sprühtrocknung von wässrigen TiO₂P25-Dispersionen

| Beispiel | Menge H ₂ O [kg] | Menge TiO ₂ P25 [kg] | Zerstäubung mit Scheibe | Dehzahl Zerstäuber-scheibe [Upm] | Betriebs-temperatur [°C] | Abluft-temperatur [°C] | Abscheidung |
|----------|-----------------------------|---------------------------------|-------------------------|----------------------------------|--------------------------|------------------------|-------------|
| 1 | 10 | 1,5 | Scheibe | 35 000 | 345 | 100 | zyklon |
| 2 | 10 | 1,5 | Scheibe | 45 000 | 370 | 105 | zyklon |
| 3 | 10 | 1,5 | Scheibe | 20 000 | 350 | 95 | zyklon |
| 4 | 10 | 2,5 | Scheibe | 15 000 | 348 | 100 | zyklon |
| 5 | 100 | 15 | 2-Stoff-Düse | --- | 445 | 130 | Filter |
| 6 | 100 | 15 | Scheibe | 10 000 | 450 | 105 | Filter |
| 7 | 10 | 2,5 | Scheibe | 20 000 | 348 | 105 | zyklon |
| 8 | 10 | 1,5 | Scheibe | 15 000 | 348 | 105 | zyklon |
| 9 | 10 | 2,5 | Scheibe | 35 000 | 300 | 105 | zyklon |

Tabelle 2:

Physikalisch-chemische Daten der sprühgetrockneten Produkte

| Beispiel | Oberfläche nach BET [m^2/g] | Stampfdichte [g/l] | pH-Wert | d_{50} -Wert (Cilas) [μm] | Trocknungsverlust [%] | Glühverlust [%] |
|----------|---|--------------------|---------|--|-----------------------|-----------------|
| 1 | 51 | 641 | 3,9 | 14,6 | 0,9 | 0,9 |
| 2 | 50 | 612 | 3,7 | 10,6 | 0,8 | 1,0 |
| 3 | 52 | 680 | 3,5 | 25,0 | 0,8 | 1,0 |
| 4 | 51 | 710 | 3,7 | 43,6 | 0,8 | 1,2 |
| 5 | 52 | 660 | 4,0 | 17,1 | 0,9 | 0,9 |
| 6 | 53 | 702 | 3,9 | 27,5 | 0,9 | 0,9 |
| 7 | 50 | 708 | 3,5 | 26,7 | 1,1 | 0,6 |
| 8 | 53 | 696 | 3,9 | 30,1 | 1,0 | 0,9 |
| 9 | 49 | 640 | 3,7 | 16,0 | 0,7 | 0,8 |

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

Tabelle 3:

Daten zur Hydrophobierung von dem Titandioxidgranulat gemäß Beispiel 6

| Beispiel | Menge P25/7 [kg] | Hydrophobierungs-mittel | Menge Hydrophobierungs-mittel [kg] | Menge H ₂ O [kg] | Temperatur [°C] | Temper-zeit |
|----------|------------------|-------------------------|------------------------------------|-----------------------------|-----------------|-------------|
| 10 | 2 | Si 108 | 0,2 | 0,05 | 120 | 2 |
| 11 | 2 | Si 108 | 0,3 | 0,05 | 120 | 2 |
| 12 | 3,15 | Silikonöl | 0,2 | 0 | 350 | 2 |
| 13 | 3,15 | Silikonöl | 0,3 | 0 | 350 | 15 |

Tabelle 4:

Physikalisch-chemische Daten von hydrophobiertem Titan-Dioxid-Granulat gemäß Beispiel 6

| Beispiel | Oberfläche nach BET [m^2/g] | C-Gehalt [%] | Stampfdichte [g/1] | pH-Wert -verlust [%] | Trocknungs -verlust [%] | Glühverlust [%] | d_{50} -Wert (Cilas) [μm] |
|----------|--|-----------------|-----------------------|----------------------------|-------------------------------|--------------------|--|
| 10 | 36 | 3,9 | 848 | 3,1 | 0,2 | 4,2 | 29,8 |
| 11 | 30 | 5,5 | 873 | 3,2 | 0,4 | 6,1 | 28,7 |
| 12 | 32 | 2,1 | 768 | 3,6 | 0 | 1,9 | 30,2 |
| 13 | 25 | 3,3 | 883 | 3,9 | 0 | 4,4 | 28,1 |

Patentansprüche

1. Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenn-
daten:

5 Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150 μm
BET-Oberfläche: 25 bis 100 m^2/g
pH-Wert: 3 bis 6
Stampfdichte: 400 bis 1.200 g/l .

10 2. Verfahren zur Herstellung der Granulate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man pyrogen hergestell-
tes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Tempe-
ratur von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert.

15 3. Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenn-
daten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160 μm
15 BET-Oberfläche: 15 bis 100 m^2/g
pH-Wert: 3,0 bis 9,0
Stampfdichte: 400 bis 1.200 g/l

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%.

20 4. Verfahren zur Herstellung der Granulate nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man pyrogen hergestell-
tes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet, gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur
von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert und anschließend silanisiert.

25 5. Verwendung der Granulate gemäß den Ansprüchen 1 und 3 als Katalysatorträger, sowie in Kosmetika, als Son-
nenschutz, in Silikonkautschuk, in Tonerpulver, in Lacken und Farbe, als Schleif- und Poliermittel, als Rohstoff für
Glas- und Keramikherstellung.

25

30

35

40

45

50

55

60

65